

4 Materiais e Métodos

Neste capítulo são apresentados o sistema de medição e os procedimentos desenvolvidos para a avaliação térmica nos esterilizadores a vapor, de acordo com as recomendações e exigências regulatórias descritas no capítulo 3, dentre elas: ABNT NBR ISO 17665-1: 2010; ISO 17665-1:2006; RDC 17 que dispõe sobre as Boas Práticas de Fabricação de Medicamentos (ANVISA, 2010c); ISO 17665-2: 2009 e “Manual de Esterilización para Centros de Salud” da OPS de 2008 para determinar a confiabilidade metrológica, determinando as condições em uma câmara vazia e carregada com indicadores químicos e biológicos de um volume útil no esterilizador abrangendo a uniformidade, estabilidade térmica e incerteza na medição da temperatura no esterilizador.

Utilizando o sistema desenvolvido foram realizados testes em quatro esterilizadores do tipo gravitacional (E₁, E₂, E₃, E₄), para os quais algumas de suas especificações são apresentadas na Tabela 13 e 14. Para a avaliação do vapor produzido nos esterilizadores foi utilizada a formulação apresentada pela IAPWS IF97 (1997).

Tabela 13 - Especificações dos esterilizadores avaliados.

Ident.	Esterilizador	Marca	Modelo	Volume L	Data
E ₁	Horizontal-gravitacional	Luferco	Sterimatic – Elétrica	200	19-10-2010
E ₂	Horizontal - gravitacional	Luferco	Tri – Estéril/039206	250	11-10-2010
E ₃	vertical - gravitacional	Primatec	mod CS- 75	75	10-2011
E ₄	vertical - gravitacional	Primatec	mod CS- 50	50	10-2011

Tabela 14 - Características dos quatro equipamentos (E₁, E₂, E₃, E₄).

características		E ₁	E ₂	E ₃	E ₄
capacidade (L)		200	250	75	50
Termômetro	Faixa	Não possui	0 a 150 °C	Não possui	Não possui
	Div. de escala	Resolução 1°C	2°C	Não possui	Não possui
Manômetro Externo	Faixa	0 a 3 kgf/cm ²	0 a 3 kgf/cm ²	3 kgf/cm ²	3 kgf/cm ²
	Div. de escala	0,1 kgf/cm ²	0,1 kgf/cm ²	0,1 kgf/cm ²	0,1 kgf/cm ²
vacuômetro	Faixa	----	----	-----	-----
	Div. De escala	----	-----	-----	-----
Manovacuômetro Interno	Faixa do manômetro	0 a 3 kgf/cm ²	0 a 3 kgf/cm ²	-----	-----
	Div. de escala	0,1 kgf/cm ²	0,1 kgf/cm ²	-----	-----
	Faixa do vacuômetro	0 a 76 cmHg	0 a 76 cmHg	-----	-----
	Div. de escala	0,5 cmHg	0,5 cmHg	-----	-----
Dimensões Internas	Diâm.			40 cm	35 cm
	Alt.			60 cm	50 cm
Dimensões Externas	Larg.	-----		50 cm	46 cm
	Comp.	-----		62 cm	58 cm
	Alt.	-----		115 cm	110 cm
Cesto	Alt.	-----		23 cm	36 cm
	Diam.	-----		38 cm	33 cm
	Quant.	2 cestos	2 cestos	2 cestos	1 cesto
Tensão Elétrica		----	-----	220 V	220 V
Localização do transdutor de temperatura do esterilizador		Próximo ao dreno	Próximo ao dreno	-----	-----

Os valores de pressão fornecidos pelo equipamento são apresentados em unidades fora do SI. A indicação dos manômetros externos (E₁, E₂, E₃ e E₄) e a faixa do manômetro do manovacuômetro (E₁ e E₂) utilizam kgf/cm², cuja conversão é 1 kgf/cm² corresponde a 0,0980665 MPa. A faixa do vacuômetro do manovacuômetro (E₁ e E₂) utiliza cmHg, cuja conversão é 1 cmHg corresponde a 0,0013332 MPa.

As avaliações dos esterilizadores E₁ e E₂ (Fig. 5), em uso em um hospital da rede pública municipal do Rio de Janeiro, foram realizadas no mês de outubro de

2010; e as avaliações dos esterilizadores E₃ e E₄ (Fig. 6), em uso em uma indústria de produtos químicos, foram realizados no mês de outubro de 2011.

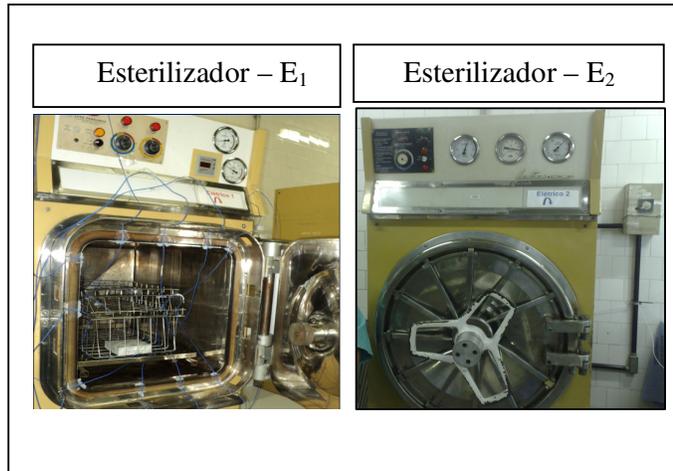


Figura 5 - Esterilizadores E₁ e E₂

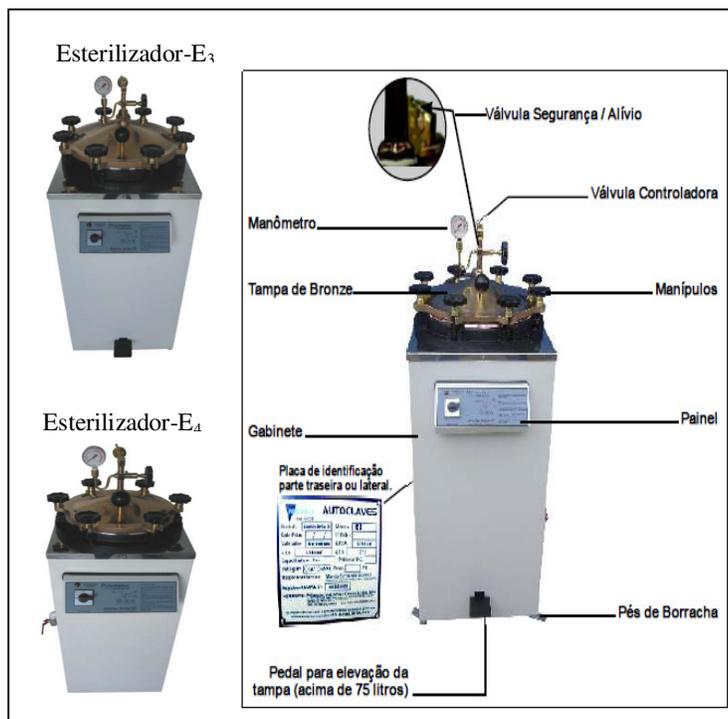


Figura 6 - Esterilizadores E₃ e E₄

4.1. Sistema de Medição

Um sistema de medição de temperatura automatizado pode ser composto por diversos blocos (Figura 7), onde o transdutor instalado no meio a ser medido é submetido à temperatura e o sinal gerado pelo transdutor (por exemplo, termorresistor, termistor, termopar, transdutor integrado) é condicionado para possibilitar que o conversor possa digitalizar essa informação e é transmitido para um sistema de computação para ser processado e apresentado ao usuário.

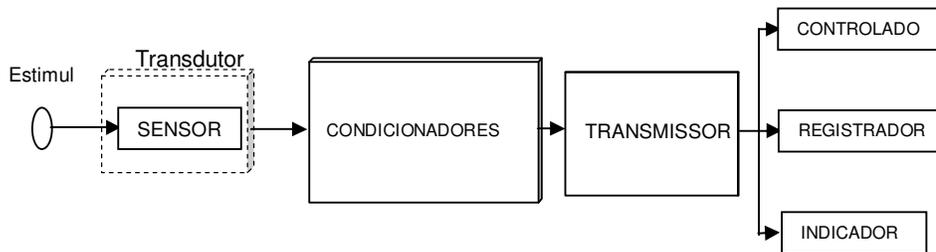


Figura 7 - Diagrama esquemático de um sistema de medição

Sistema de medição - Conjunto de um ou mais instrumentos de medição e freqüentemente outros dispositivos, compreendendo, se necessário, reagentes e insumos, montado e adaptado para fornecer informações destinadas à obtenção dos valores medidos, dentro de intervalos especificados para grandezas de tipos especificados.

Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados, 2008

A seguir descrevem-se as principais características dos instrumentos e equipamentos que compõem o Sistema de medição desenvolvido (Figura 8).

- a. **Sistema de aquisição de dados** marca National Instruments, com capacidade de conexão com os módulos (SCXI- Signal conditioning extensions for instrumentation) tais como: SCXI-1000, SCXI-1303, SCXI-1102 e SCXI-1600.
- b. Computador portátil.
- c. Termopares tipo T calibrados.
- d. Outros instrumentos de medição e componentes do sistema.

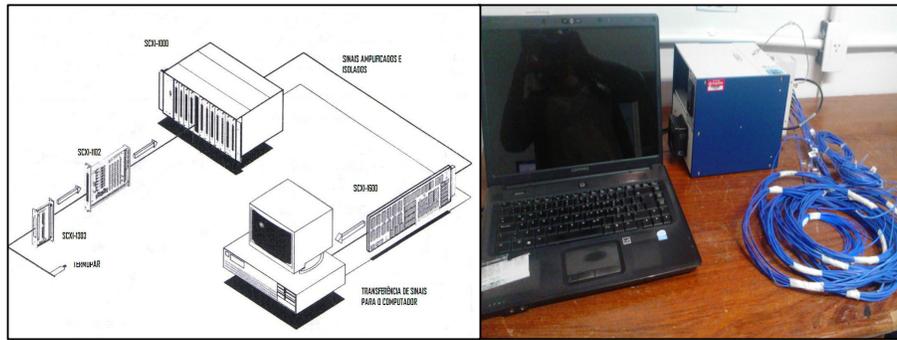


Figura 8 - Sistema de medição de temperatura

O **sistema de aquisição de dados** é composto pelos seguintes módulos :

- (i) SCXI-1000- chassi onde os demais módulos são acoplados, sendo responsável pelo controle dos demais módulos e pelo condicionamento dos sinais.
- (ii) SCXI-1303- bloco terminal isotérmico com terminais que permitem a sua conexão ao módulo SCXI-1102. Possui um termistor para a medição da temperatura da junção fria ou junção de referência e uma placa isotérmica, com a finalidade de minimizar os gradientes de temperatura.
- (iii) SCXI-1102 - responsável pela aquisição dos sinais de tensão, gerados pelos termopares. Cada canal de entrada possui um amplificador e um filtro passa-baixa com frequência de corte em 2 Hz. O módulo possui 32 canais de entrada, permitindo usar até 32 termopares.
- (iv) SCXI-1600- responsável pela digitalização dos sinais analógicos coletados

O **Computador portátil** é o indicador do sistema de medição de temperatura, com as seguintes características:

- (i) Marca: Compaq.
- (ii) Modelo: Presario C700.
- (iii) CPU: T2330 1,60 GHz.
- (iv) Processador: Intel, Pentium Dual core.
- (v) Memória RAM: 1024 MB.
- (vi) Sistema Operacional: Windows XP.

O software deste sistema de aquisição (parte não física) foi desenvolvido em LabView e as características do programa são:

- (i) Visualização da variação de todos os canais simultaneamente e separados.
- (ii) Visualização do instante de tempo de cada leitura, para cada canal, utilizando intervalos em minutos ou segundos (1 a 60).
- (iii) Visualização por meio de diferentes gráficos de todos os canais simultaneamente ou em separado, dando condições de configurá-lo durante a qualificação para uma visualização adequada.
- (iv) Permite transportar dados para outros programas.

Permite a configuração no cálculo da esterilização com ou sem carga.

De acordo com a norma ASTM E-220-02, dependendo da temperatura de calibração e incerteza desejada para o objeto da calibração, pode-se utilizar os seguintes transdutores: termorresistência de platina (-196 °C a 962 °C), termistores (-40 °C a 150 °C), termômetros de líquido em vidro (-80 °C a 400 °C), termopares do tipo Re S (30 °C a 1200 °C), termopares do tipo B (acima de 1200 °C), termopares do tipo T (-195 °C a 370 °C) e termopares Ouro-Platina (0 °C a 1000 °C).

Assim, para a realização de medições de temperatura nas câmaras dos esterilizadores, podem ser utilizados tanto os termômetros de resistência de platina, sendo o mais recomendado o do tipo 100 Ω a 0 °C; quanto os termopares, sendo os mais recomendados os do tipo T, do tipo J e do tipo N. Estes devem ser de pequenas dimensões, ou seja, o diâmetro externo do sensor deve ser menor ou igual a 5 mm, para minimizar influências relacionadas com tempo de resposta e condução de calor pela haste (DOQ-CGCRE-028, 2011).

No sistema desenvolvido, foram utilizados 13 Termopares tipo T com bitola 30 AWG para medição da temperatura. Tais transdutores são constituídos por dois condutores elétricos dissimilares (termoelementos) unidos em uma de suas extremidades, formando parte de um circuito e a grande homogeneidade com que o cobre pode ser processado possibilita uma boa exatidão e precisão. A composição dos termopares se apresenta na (tabela 15) (NBR 12771,1999; ABNT NBR 12550,1998).

Tabela 15 - Composição dos termopares utilizados no sistema de medição.

Termo elemento positivo (TP):	Cu100%
Termo elemento negativo (TN):	Cu (pode variar de 45% a 60 %) e Ni 45% (conhecido o termoelemento negativo como constantan)
Faixa de medição	: -270°C a 400°C f.e m. produzida: -6,258 mV a 20,872 mV

As principais fontes de incerteza relativas dos termopares são apresentadas a seguir: erro máximo admissível do transdutor, erro inerente ao polinômio de interpolação, junta de referência, deriva com o tempo, envelhecimento e histerese do termopar, além de outros fatores que não podem ser facilmente quantificados, mas que influenciam fortemente na medição de temperatura e devem ser evitados por exemplo Interferências em termopares, correntes de fuga no termopar em alta temperatura.

Outros instrumentos e componentes do sistema de medição:

- (i) **Fita métrica calibrada**, com capacidade mínima de 5 metros e 1 milímetro de divisão de escala.
- (ii) **Cronômetro calibrado**, com um mínimo de 10 horas e divisão de escala não superior a 1 segundo.
- (iii) **Termohigrômetro calibrado**, com a divisão de escala de temperatura igual ou inferior a 1 °C e divisão de escala de umidade igual ou inferior a 1 %UR.
- (iv) **Voltímetro calibrado**, para registrar a tensão de alimentação (se necessário). Ferramentas auxiliares (se necessário), como alicates, chaves de fendas, philips e outros.
- (v) **Manômetro padrão**, utilizado para calibração do manovacuômetro dos esterilizadores.
- (vi) **Flange**, desenvolvido para possibilitar a avaliação de esterilizadores do tipo pré-vácuo segundo os requisitos das normas EN 285:2006 e 17665-2:2009. Esta última estabelece critérios baseados na Norma EN 285.

Para desenvolver o flange utilizado no sistema de medição foram utilizados os seguintes materiais:

- barra redonda inox 304 114,30mm (4.1/2") x 90mm,

- barra redonda inox 304 114,30mm (4.1/2") x 50mm,
- barra redonda inox 304 2" x 60mm,
- barra redonda inox 304 76,20mm(3") x 30mm,
- barra redonda inox 304 76,20mm(3") x 80mm,
- barra redonda inox 304 76,20mm(3") x 40mm.

Um diagrama do flange é apresentado nas (figuras 9 e 10). As duas partes se junta para formar um bloco completo os transdutores vão ser instruducidos pelo flange ser colocados em conjunto no esterilizador de pré-vacuo.

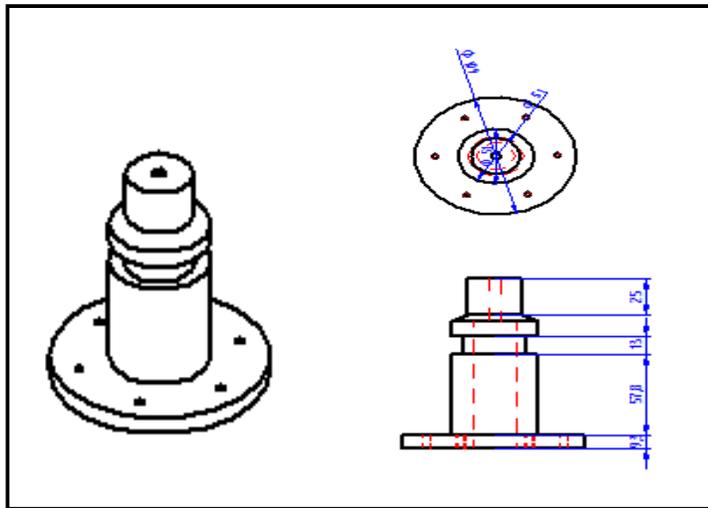


Figura 9 - Primeira parte

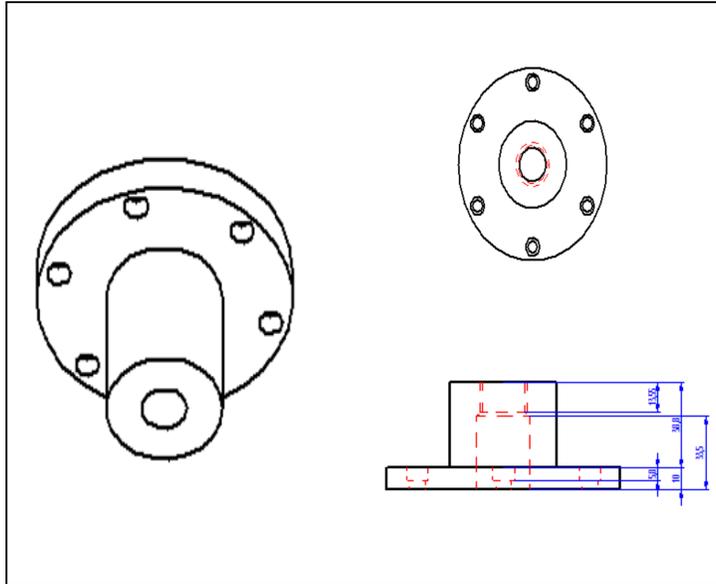


Figura 10 - Segunda parte do flange.

- (vii) **Bomba de pressão**, utilizada para gerar pressão e vácuo (Figura 11).



Figura 11 - Bomba de pressão

- (viii) **Indicador Químico Classe II**, utilizado para a avaliação de penetração de vapor na câmara, marca Medstéril- test Pack-Bowie Dick (Fig 12), Classe II (ISO 11.140) e Classe B (EM 867), adequado à temperatura 134 °C por 3,5 min.



Figura 12 - Indicador químico descartável classe II

- (ix) **Indicador Químico Classe V**, utilizado para controlar a temperatura e tempo necessário para o processo indicador integrador utilizado para avaliação em conjunto com os indicadores biológicos. Na figura 13 se visualiza o indicador Químico *Integrath steam* marca *SteriTec* com norma ISO 11140-1 /CLASS 5. Lot 110601.



Figura 13 - Indicador integrador

- (x) **Indicador Biológico**, utilizado, é indicado para verificar a eficiência do processo de esterilização a vapor saturado em autoclaves equipadas com pré-vacuo ou gravitacionaisutilizado. Na figura 14 se visualiza o indicador Biológico de Leitura rápida (RRBI) Attest 1292 da 3M (Tampa Marrom) que é um sistema de indicador biológico de dupla leitura desenvolvido especificamente para monitorar de forma rápida e confiável o processo de esterilização a vapor.



Figura 14 - Indicador Biológico

(xi) **Seringa de 5 ml**, utilizada como cobertura do indicador Biológico.

Material de vidro que suporta a temperatura de esterilização. Os testes utilizaram uma seringa que têm a característica de suportar uma temperatura de 500 °C.

(xii) **Indicador Químico classe I**, tiras impregnadas com tinta termo-química que muda de coloração quando exposta a determinadas temperaturas. Na figura 15 se pode visualizar o indicador químico classe I.

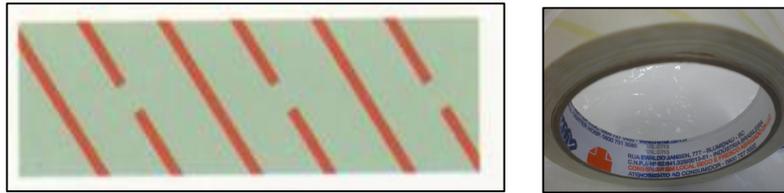


Figura 15 - Indicador Químico classe I

(xiii) **Compressa cirúrgica**, utilizada para envolver os indicadores para o preparado do desafio biológico e é usado em geral é para absorver secreções líquidas. Na figura 16 se visualiza uma sacola de compressa cirúrgica, onde panos tem dimensões 45cm x50 cm e é produzido com tecido 100% algodão é branqueada e isenta de quasquer outra substancia que possa agredir o tecido humano.



Figura 16 - Compressa cirúrgica

4.2. Validação do processo de esterilização

As condições ambientais consideradas para a validação, temperatura e umidade, foram monitoradas utilizando o termohigrômetro posicionado a uma distância de 2 a 5m do esterilizador a ser avaliado. Segundo a OPS (2008), as condições ambientais mais adequadas são temperatura ambiente entre 18°C a 25 °C e umidade relativa entre 35 % e 50 %. Valores mais elevados de temperatura e umidade favorecem o crescimento microbiano e inferiores aos níveis recomendados podem afetar os parâmetros da esterilização como a penetração do agente esterilizante.

Utilizando o manômetro padrão foi realizada a calibração dos instrumentos de medição de pressão localizados na câmara interna dos quatro esterilizadores.

Utilizando o sistema de medição de temperatura foram realizados os estudos nas câmaras dos esterilizadores com carga e sem carga (figuras 13 e 14). No esterilizador E₁, foram realizados 3 (três) séries de estudos de distribuição de temperatura com a câmara vazia a 121°C por 30 min, utilizando-se em cada estudo um indicador químico Bowie & Dick. Nos três ciclos de medição um dos transdutores foi colocado próximo ao local de drenagem da câmara, a 10 cm na base horizontal, identificado como (termopar 9). No esterilizador E₃ e E₄ só foi feito um estudo de distribuição de temperatura e não foram utilizados indicadores químicos. Nos Esterilizadores E₁ e E₂ (figuras 14 e 15), com um enfoque biológico e físico, foram realizados 3 (três) séries de medição com a câmara com carga (composta por material cirúrgico) para um volume de carga 40%, sendo utilizados indicadores biológicos. Uma síntese das características dos testes realizados em cada um dos esterilizadores é apresentada na Tabela 16.

Tabela 16 - Características das medições realizadas em cada um dos quatro esterilizadores a vapor avaliados.

Câmara	Temp.	TESTES						tempo (min)
		câmara vazia		câmara com carga				
		Nº de ciclos	Ind. Químico Classe II	Nº de ciclos	Tipo de carga	Químico Classe II	Ind. Biológico e Indicador Químico Classe V	
E ₁ (200 L)	121	3	x	3	Material cirúrgico (metal) 40%		x	30
E ₂ (250 L)	121	-----	-----	3	Material cirúrgico (metal) 40%	-----	x	30
E ₃ (75 L)	121	1	-----	-----	-----	-----	-----	30
E ₄ (50 L)	121	1	-----	-----	-----	-----	-----	30

Segundo 17665-1, os estudos com a câmara vazia sempre devem ser realizados para demonstrar que a mesma opera dentro dos parâmetros estabelecidos (temperatura, pressão), para conhecer a distribuição da temperatura no espaço útil, e para determinar o efeito da carga em seu desempenho. Os estudos completos das câmaras E₂, E₃ e E₄ não foram realizados pelos seguintes motivos: para o caso de E₂, na data prevista, uma ocorrência de emergência impediu que o teste fosse realizado, sendo possível apenas a realização do estudo com a carga que necessitava de esterilização de urgência; no caso de E₃ e E₄, a empresa optou por não manter disponível o equipamento para efetuar outros testes, sendo que para estas câmaras menores não há exigência regulatória para realização de 3 ciclos de medição ou uso de indicadores.



Figura 17 - Distribuição dos transdutores de temperatura na câmara de esterilização E₁ sem carga.

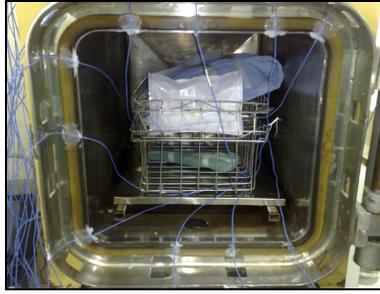


Figura 18 - Câmara com carga do esterilização E_1 .



Figura 19 - Câmara com carga do esterilização E_2 .

A quantidade dos transdutores utilizados foi determinada com base na norma ISO 17665-2. Para um espaço útil com carga aproximadamente de 400 L podem ser suficientes de 5 a 12 transdutores nas **figuras 17,18 e 19** se apresenta a distribuição dos transdutores. No presente trabalho, 10 transdutores de temperatura foram distribuídos no espaço útil interno da câmara de esterilização e fixados adequadamente nos cestos de suporte de carga, com fita adesivas (Figuras 16) .

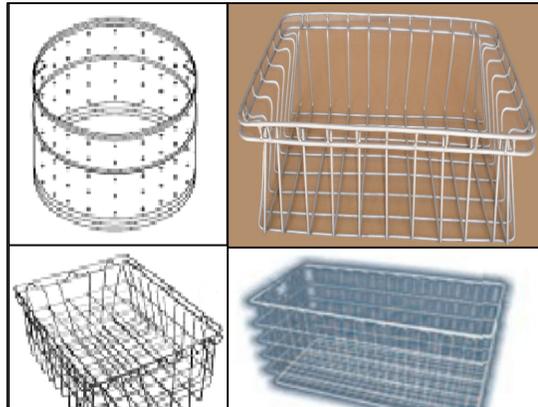


Figura 20 - Suportes para os produtos de saúde a serem esterilizados

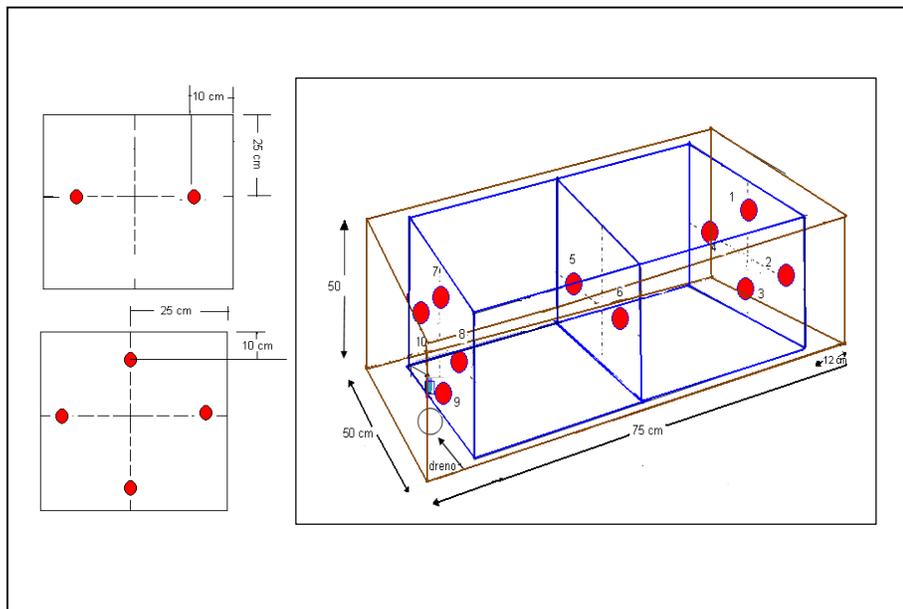


Figura 21 - Distribuição dos transdutores nos esterilizadores E1 e E2.

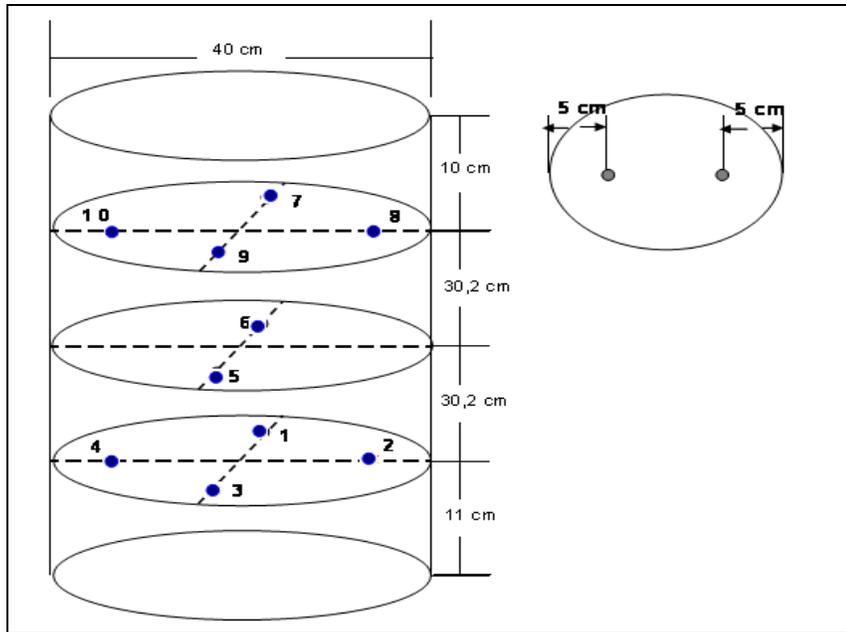


Figura 22 - Distribuição dos transdutores no esterilizador E₃

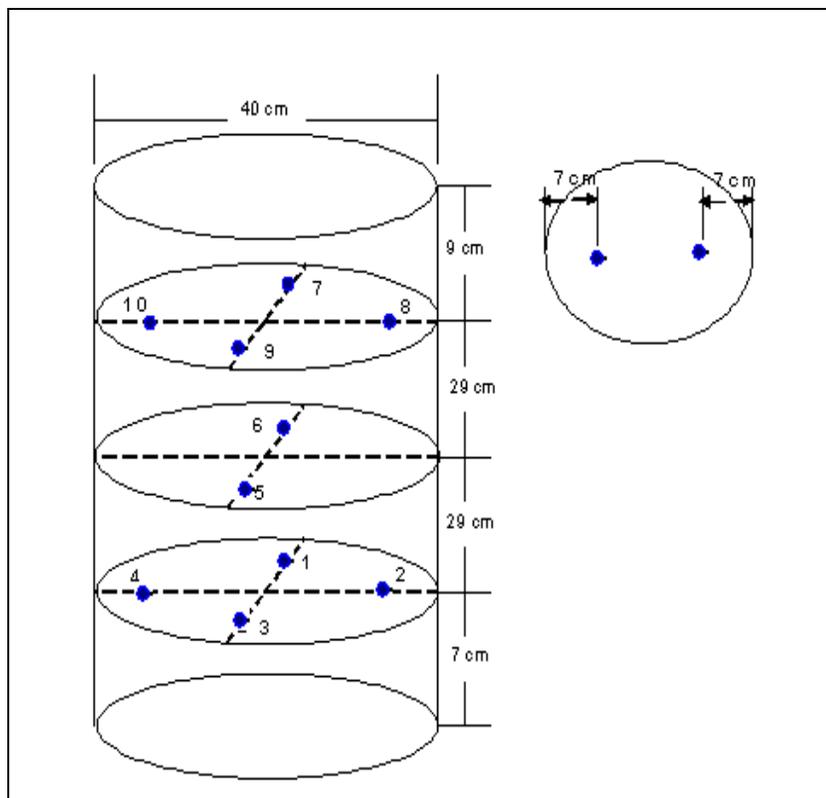


Figura 23 - Distribuição dos transdutores no esterilizador E₄

4.3. Estimativa das incertezas no esterilizador

Antes de realizar a estimativa da incerteza de medição, o conjunto de dados foram submetidos a duas análises (critério de Grubbs e critério de Chauvenet) com o objetivo de eliminar erros grosseiros (ORLANDO, 2009).

Às indicações de cada transdutor de temperatura são adicionadas algebricamente suas respectivas correções. A temperatura do transdutor pode ser escrita como:

$$T = T_i + \delta_p + \delta_d + \delta_D + \delta_I + \delta_{est} \quad (12)$$

Para determinar a incerteza na câmara térmica os factores considerados além dos já considerados por cada transdutor estão dados pelas correções das δ_{unif} , δ_{Carga} .

Onde:

T_i : é a temperatura determinada pelo transdutor.

δ_p : é a correção de temperatura obtida na calibração dos transdutores.

A correção é nula e a incerteza μ_p p do valor de temperatura é fornecida no certificado de calibração sistema de temperatura dos transdutores. Essa contribuição é herdada e, geralmente, com um nível de confiança $k = 2$.

δ_d : é a correção pela apreciação na resolução do sistema de medição.

δ_D : é a correção pela deriva do transdutor de temperatura . A correção é nula, mas a incerteza não.

δ_I : é a correção pela interpolação feita ao calcular a correção do sensor de temperatura.

δ_{est} : é correção de temperatura devido à estabilidade da câmara. Seu valor é nulo, mas sua incerteza U_{est} não. Geralmente essa contribuição é determinada pelo próprio laboratório e é considerada retangular.

δ_{unif} : é a correção de temperatura devido a não uniformidade da câmara. Seu valor é nulo, mas sua incerteza não e é considerada retangular.

A seguir se descrevem as fontes de incerteza consideradas na estimativa de incerteza das medições de temperatura das câmaras térmicas, realizadas no presente trabalho.

- Repetitividade das medições

Para uma grandeza de entrada X_i , determinada por n observações repetidas e independentes $X_{i,k}$, a incerteza padrão $u(x_i)$ de sua estimativa $x_i = \bar{X}_i$ é $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$, com $s^2(\bar{X}_i)$ calculada de acordo com a eq.(3) no item 4.3. Por conveniência, $u^2(x_i) = s^2(\bar{X}_i)$ e $u(x_i) = s(\bar{X}_i)$ são por vezes denominados uma variância do tipo A e uma incerteza padrão do tipo A, respectivamente (GUM, 2008).

- Incerteza herdada da calibração do padrão

A incerteza u_p do valor de temperatura é fornecida no certificado de calibração dos transdutores. Essa contribuição é herdada e, geralmente, com um nível de confiança $k = 2$ (GUM,2008).

- Resolução do instrumento.

A incerteza é a incerteza associada à resolução d do instrumento de medição. A distribuição estabelecida é retangular (GUM,2008).

$$u_d = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

Onde : $a = d / q$ se o sistema tem indicação digital $q=2$.

- Deriva do padrão.

A incerteza se deve à variação da indicação ao longo do tempo, contínua ou incremental, devida a variações nas propriedades metrológicas do instrumento ou sistema de medição (GUM, 2008; VIM, 2008). O valor de u_D é determinado a partir da diferença DM entre as correções da indicação obtidas no certificado atual e no anterior (Equação 14). A distribuição estabelecida é retangular (GUM, 2008).

$$u_D = \frac{D_M}{\sqrt{3}} \quad (14)$$

- Interpolação

A incerteza padrão da curva de regressão linear de primeiro grau, é componente de incerteza com n-2 graus de liberdade. Uma forma adequada de estimar a incerteza é considerando a correlação entre os coeficientes da reta, conforme recomendação do GUM. Neste caso é estimado por :

$$u(x_i) = \sqrt{C_a^2 u^2(a) + C_b^2 u^2(b) + 2C_a C_b u(a)u(b)r(a,b)} \quad (15)$$

$$\text{Onde : } y=a+bx; r(a,b) = -\frac{\sum x_i}{\sqrt{n \sum x_i^2}} ; u^2(a) = \frac{s^2 \sum x_i^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} ;$$

$$u^2(b) = n \frac{s^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

- Estabilidade térmica da câmara.

A incerteza associada à estabilidade térmica é determinada por uma distribuição retangular, considerando-se a maior variação de temperatura ao longo do tempo, obtida por um mesmo sensor, em um conjunto de 30 medições após a câmara ter atingido o equilíbrio térmico. No caso da ocorrência de valores discrepantes entre os desvios padrão obtidos, recomenda-se assumir a maior

diferença entre os valores médios obtidos de cada sensor como o valor correspondente (GUM, 2008; DOQ-CGCRE-028, 2011).

- Uniformidade térmica no volume da câmara.

A incerteza u e o valor v da está associada à uniformidade térmica em todo o espaço da câmara. Considera-se uma distribuição retangular e corresponde ao maior desvio padrão experimental das medições de todos os sensores de temperatura, em um dado momento. No caso da ocorrência de valores discrepantes entre os desvios padrão obtidos, recomenda-se assumir a maior diferença entre os valores médios obtidos como o valor correspondente à uniformidade térmica (GUM, 2008; DOQ-CGCRE-028, 2011).

- Contribuição da carga

Segundo o guia DKD-R-5-7 (2004), a incerteza associada à carga a ser esterilizada equivale a 20 % da diferença máxima absoluta entre a medição no local de referência com carga ($T_{ref,carga}$) e a medição no local de referência sem carga (T_{ref}) (Equação 16). Para a estimativa de considera-se uma distribuição retangular.

$$u_{carga} = \frac{0,2 \cdot \max |T_{ref} - T_{ref,carga}|}{\sqrt{3}} \quad (16)$$